

## Air dan air limbah – Bagian 75: Cara uji sulfida secara iodometri



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Mangala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi .....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	1
4 Pengendalian mutu.....	3
5 Presisi dan bias .....	4
6 Rekomendasi.....	4
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	5
Lampiran B (informatif) Cara perhitungan $H_2S$ dari total sulfida .....	6
Lampiran C (informatif) Validasi metoda penentuan sulfida metode iodometri .....	9
Bibliografi.....	10
Tabel B.1 – Konstanta disosiasi hidrogen sulfida dalam air tawar.....	7
Tabel B.2 – Konstanta disosiasi hidrogen sulfida dalam air laut.....	8
Tabel C.1 – Hasil validasi metode penentuan sulfida metode iodometri .....	9



## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Air dan air limbah – Bagian 75: Cara uji sulfida secara iodometri* merupakan revisi dari SNI 19-1664-1989, *Cara uji kadar sulfida dalam air dan air buangan*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 21<sup>st</sup> Edition, editor L.S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC, 2005 Method 4500-S<sup>2</sup>-F. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 30 Oktober 2008 di Serpong dan telah melalui jajak pendapat pada tanggal 18 Maret 2009 sampai dengan 18 Juni 2009, dengan hasil akhir RASNI.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.75:2009 ini maka penerapan SNI 19-1664-1989 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pengguna SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.





## Air dan air limbah – Bagian 75: Cara uji sulfida secara iodometri

### 1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan total sulfida dalam air dan air limbah secara iodometri untuk kadar sulfida di atas 1,0 mg/L.

### 2 Istilah dan definisi

#### 2.1

##### air bebas sulfida

air suling yang tidak mengandung sulfida

#### 2.2

##### total sulfida

senyawa sulfida yang termasuk  $\text{H}_2\text{S}$  terlarut,  $\text{HS}^-$  terlarut dan sulfida terikat logam yang teradsorpsi pada padatan tersuspensi

### 3 Cara uji

#### 3.1 Prinsip

Iodine secara berlebih ditambahkan ke dalam contoh uji yang mengandung sulfida, kelebihan iodine dititrasi dengan natrium tiosulfat.

#### 3.2 Bahan

- air bebas sulfida;
- larutan asam klorida (HCl) 6N;
- larutan natrium hidroksida (NaOH) 6N;
- larutan baku iodine ( $\text{I}_2$ ) 0,0250 N;  
Larutkan 20 g sampai 25 g kalium iodida (KI) dalam sedikit air dan tambahkan 3,2 g iodine ( $\text{I}_2$ ). Sesudah iodine larut, encerkan dengan air bebas sulfida sampai 1000 mL dan standarisasi dengan 0,0250 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .
- larutan natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0,0250 N;  
Larutkan 6,205 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dengan air bebas sulfida dalam labu ukur 1000,0 mL. Tambahkan 1,5 mL NaOH 6N atau 0,4 g NaOH padatan dan tepatkan sampai tanda tera. Larutan ini distandarisasi dengan salah satu bahan baku berikut: kalium bidentat, kalium iodat atau kalium dikromat;
- Larutan baku kalium bi-iodat ( $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ ) 0,025 N  
Larutkan 812,4 mg  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  dalam air bebas sulfida dan encerkan sampai volume 1000 mL
- asam salisilat (1,2- $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{H}$ );
- larutan kanji;  
Larutkan 2 g kanji dan 0,2 g asam salisilat dalam 100 mL air bebas sulfida panas.

#### 3.3 Peralatan

- pipet volumetrik 5,0 mL; 10,0 mL; 25,0 mL dan 50,0 mL;
- labu ukur 1000,0 mL;
- Erlenmeyer 300 mL;



- d) gelas piala 300 mL;
- e) mikroburet; dan
- f) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg.

### 3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan. Sebelum diawetkan, ukur dan catat volume contoh uji ( $V_1$ ). Pengawetan dilakukan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik ( <i>polyethylene</i> ) atau botol gelas.
Pengawet	:	Tambahkan 4 tetes 2N seng asetat/100 mL contoh uji dan NaOH sampai pH lebih besar dari 9.
Lama Penyimpanan	:	2 minggu.
Kondisi Penyimpanan	:	4°C ± 2°C.

**CATATAN** Contoh uji diambil dengan sedikit mungkin aerasi.

### 3.5 Persiapan pengujian

#### 3.5.1 Persiapan contoh uji

Lakukan pengujian sesegera mungkin sesuai langkah 3.6. Apabila contoh uji dilakukan pengawetan sesuai langkah 3.4, lakukan langkah sebagai berikut:

- a) pisahkan endapan dengan membuang supernatan secara dekantasi;
- b) tambahkan air bebas sulfida ke dalam endapan sampai volume tertentu, kocok untuk mensuspensikan endapan;

**CATATAN** Jika kadar sulfida diketahui rendah tambahkan air secukupnya, seperlima hingga setengah dari volume asal.

- c) ukur volume akhir secara kuantitatif ( $V_2$ );
- d) lakukan pengujian sesuai langkah 3.6.

#### 3.5.2. Pembakuan larutan natrium tiosulfat dengan kalium bi-iodat

- a) larutkan kurang lebih 2 g KI dalam labu *Erlenmeyer* ukuran 300 mL dengan 100 mL sampai dengan 150 mL air bebas sulfida.
- b) tambahkan 1 mL asam sulfat 6N atau beberapa tetes asam sulfat pekat.
- c) pipet 20,0 mL larutan baku kalium bi-iodat dan tambahkan ke dalam labu *Erlenmeyer* yang berisi KI.
- d) tempatkan di ruang gelap selama 5 menit dan encerkan sampai 300 mL dan titar dengan natrium tiosulfat sampai warna kuning muda.
- e) tambahkan 1 mL - 2 mL indikator larutan kanji dan titrasi sampai titik akhir yang ditandai dengan hilangnya warna biru.
- f) hitung normalitas dengan rumus sebagai berikut:

$$N = \frac{(A \times B)}{C} \quad (1)$$

**Keterangan:**

N adalah normalita natrium tiosulfat;  
A adalah volume kalium bi-iodat;  
B adalah normalita kalium bi-iodat;  
C adalah volume natrium tiosulfat.



### 3.6 Cara uji sulfida

- ukur sejumlah volume tertentu larutan iodine 0,0250 N dan masukkan dalam labu Erlenmeyer. Tambahkan air suling bebas mineral sampai volumenya 20 mL;
- tambahkan 2 mL HCl 6N. Ambil secara kuantitatif 200,0 mL contoh uji (V) dan masukkan dalam labu Erlenmeyer atur ujung pipet berada di bawah permukaan larutan;
- jika warna iodin hilang tambahkan larutan iodin sampai timbul warna kuning muda. Catat volume iodin yang digunakan. (A) (1 mL iodin 0,0250 N bereaksi dengan 0,4 mg S<sup>2-</sup>);
- titrasi menggunakan larutan natrium tiosulfat 0,0250 N, tambahkan beberapa tetes indikator kanji sampai warna biru muda, titrasi kembali sampai titik akhir yang ditunjukkan dengan hilangnya warna biru muda.

### 3.7 Perhitungan

Kadar sulfida (S<sup>2-</sup>):

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(A \times B) - (C \times D)] \times \frac{16000}{V} \times \frac{V_2}{V_1} \quad (2)$$

#### Keterangan:

- A adalah volume larutan iodin, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
 B adalah normalitas larutan iodin;  
 C adalah volume larutan natrium tiosulfat, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
 D adalah normalitas natrium tiosulfat;  
 V adalah volume contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
 V<sub>2</sub> adalah volume akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);  
 V<sub>1</sub> adalah volume awal, dinyatakan dalam mililiter (mL).

## 4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas murni pro analisis (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) lebih besar dari 10% maka dilakukan pengukuran ketiga untuk mendapatkan RPD kurang dari 10%.

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (3)$$



## 5 Presisi dan bias

Standar ini telah melalui verifikasi metode oleh 1 laboratorium pada kadar 5 mg S<sup>2-</sup>/L dengan tingkat presisi (%RSD) 0,89% dan akurasi (bias metode) 5,0%.

## 6 Rekomendasi

Buat kurva kendali (*control chart*) untuk presisi analisis.





**Lampiran A**  
(normatif)  
**Pelaporan**

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Nama analis.
- 2) Tanggal analisis.
- 3) Rekaman hasil pengukuran duplo.
- 4) Nomor contoh uji.
- 5) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 6) Rekaman hasil perhitungan.
- 7) Kadar analit dalam contoh uji.





**Lampiran B**  
(informatif)  
**Cara perhitungan H<sub>2</sub>S dari total sulfida**

**B.1 Air tawar (kekuatan ion ≤ 0,1 M)**

$$H_2S = \alpha H_2S \times \text{Sulfida (mg/L)}$$

$$\alpha H_2S = \frac{1}{1 + (10^{pH - pK'_{FW}})}$$

$$I = \frac{TDS(\text{mg/L})}{40000}$$

$$I = (1,6 \times 10^{-5}) \times \text{conductivity}$$

**Keterangan:**

pH adalah nilai pH contoh uji *in situ*

pK'<sub>FW</sub> adalah nilai yang di dapat dari Tabel kekuatan ion terhadap temperatur tabel 4500-S<sup>2-</sup> : II (*Standard Methods* editioni 21<sup>st</sup>, 2005)

**Contoh perhitungan**

Diketahui:

Total Sulfida = 1,5 mg/L  
pH = 6,87  
Temperatur = 10°C  
TDS = 1600 mg/L,

maka,

$$I = \frac{1600}{40000}$$

$$I = 0,04$$

Perhitungan kekuatan ion (I) didapat dari Tabel 2330: I *Standard Methods, Examination of Water and Wastewater 21<sup>st</sup> Edition, 2005*

Dari Tabel kekuatan ion terhadap temperatur tabel 4500-S<sup>2-</sup>: II *Standard Methods, Examination of Water and Wastewater 21<sup>st</sup> Edition, 2005*

$$pK'_{FW} = 7,11$$

$$\alpha H_2S = \frac{1}{1 + (10^{6,87 - 7,11})} = \frac{1}{1 + 10^{-0,24}} = \frac{1}{1 + 0,575}$$

$$\alpha H_2S = 0,63$$



$$\text{H}_2\text{S} = 0,63 \times 1,5 = 0,95 \text{ mg/L}$$

Tabel B.1 - Konstanta disosiasi hidrogen sulfida dalam air tawar

Temperatur °C	pK' <sub>FW</sub> at Given Ionic Strength						
	0.00 mol/L	0.005 mol/L	0.01 mol/L	0.02 mol/L	0.03 mol/L	0.05 mol/L	0.10 mol/L
0	7.36	7.33	7.32	7.30	7.29	7.27	7.24
5	7.28	7.25	7.23	7.22	7.21	7.19	7.16
10	7.20	7.16	7.15	7.13	7.12	7.10	7.07
15	7.12	7.09	7.08	7.06	7.05	7.03	7.00
20	7.05	7.02	7.00	6.99	6.97	6.96	6.92
25	6.98	6.95	6.94	6.92	6.91	6.89	6.86
30	6.92	6.89	6.87	6.86	6.84	6.83	6.79

Sumber: *Standard Methods, Examination of Water and Wastewater 21<sup>st</sup> Edition, 2005, Method 4500-S<sup>2-</sup>-H*

## B.2 Air Laut

$$\text{H}_2\text{S} = \alpha_{\text{H}_2\text{S}} \times \text{Total Sulfida (mg/L)}$$

$$\alpha_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{1}{1 + \left(10^{\text{pH} - \text{pK}'_{\text{sw}}}\right)}$$

pH adalah nilai pH contoh uji *in situ*

pK'<sub>sw</sub> adalah nilai yang di dapat dari Tabel salinitas terhadap temperatur {tabel 4500-S<sup>2-</sup>: III, *Standard Methods, Examination of Water and Wastewater 21<sup>st</sup> Edition, 2005*}

## Contoh perhitungan

Diketahui:

Total Sulfida = 1,5 mg/L

pH = 7,15

Temperatur = 10°C

Salinitas = 25‰

Dari Tabel salinitas terhadap temperatur (tabel 4500-S<sup>2-</sup> : III) maka pK'<sub>sw</sub> = 6,87

$$\alpha_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{1}{1 + \left(10^{\text{pH} - \text{pK}'_{\text{sw}}}\right)} = \frac{1}{1 + \left(10^{7,15 - 6,87}\right)}$$

$$\alpha_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{1}{1 + 10^{0,28}} = \frac{1}{1 + 1,91} = 0,34$$

$$\text{H}_2\text{S} = 0,34 \times 1,5 \text{ mg/L} = 0,51 \text{ mg/L}$$



Tabel B.2 - Konstanta disosiasi hidrogen sulfida dalam air laut

Temperatur °C	pK' <sub>SW</sub> at Given Salinity						
	5 ‰	10 ‰	15 ‰	20 ‰	25 ‰	30 ‰	35 ‰
0	7.17	7.12	7.09	7.07	7.06	7.06	7.06
5	7.08	7.02	6.99	6.97	6.96	6.96	6.96
10	6.99	6.93	6.90	6.88	6.87	6.86	6.86
15	6.91	6.85	6.82	6.80	6.78	6.78	6.77
20	6.83	6.77	6.74	6.72	6.70	6.69	6.69
25	6.76	6.70	6.66	6.64	6.63	6.62	6.61
30	6.70	6.63	6.60	6.57	6.56	6.55	6.54

Sumber: Standard Methods, Examination of Water and Wastewater 21<sup>st</sup> Edition, 2005, Method 4500-S<sup>2</sup>-H





**Lampiran C**  
(informatif)  
**Validasi metode penentuan sulfida metode iodometri**

**Tabel C.1 - Hasil validasi metode penentuan sulfida metode iodometri**

<i>Replicate</i>	<i>Volume sampel</i>	<i>Volume I<sub>2</sub> 0,0260 N</i>	<i>Volume Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,0250 N</i>	<i>S<sup>2-</sup> (mg/L)</i>	<i>Target value (mg/L)</i>	<i>Recovery (%)</i>
		0,0260	0,0250			
1	200	5	4,78	0,84	1,00	84
2	200	5	4,76	0,88	1,00	88
3	200	5	4,80	0,80	1,00	80
4	200	5	4,80	0,80	1,00	80
5	200	5	4,78	0,84	1,00	84
6	200	5	4,76	0,88	1,00	88
7	200	5	4,80	0,80	1,00	80
8	200	5	4,80	0,80	1,00	80
			<b>SD</b>	<b>0,04</b>		<b>83</b>
			<b>RSD</b>	<b>3,55</b>		
1	200	5	4,32	1,76	2,00	88
2	200	5	4,30	1,80	2,00	90
3	200	5	4,28	1,84	2,00	92
4	200	5	4,32	1,76	2,00	88
5	200	5	4,30	1,80	2,00	90
6	200	5	4,28	1,84	2,00	92
7	200	5	4,30	1,80	2,00	90
8	200	5	4,32	1,76	2,00	88
			<b>SD</b>	<b>0,03</b>		<b>89,75</b>
			<b>RSD</b>	<b>3,34</b>		
1	200	5	2,80	4,80	5,00	96
2	200	5	2,84	4,72	5,00	94,4
3	200	5	2,82	4,76	5,00	95,2
4	200	5	2,82	4,76	5,00	95,2
5	200	5	2,84	4,72	5,00	94,4
6	200	5	2,84	4,72	5,00	94,4
7	200	5	2,86	4,68	5,00	93,6
8	200	5	2,80	4,80	5,00	96
			<b>SD</b>	<b>0,04</b>		<b>94,9</b>
			<b>RSD</b>	<b>4,24</b>		
1	200	10	5,46	9,88	10,0	98,8
2	200	10	5,48	9,84	10,0	98,4
3	200	10	5,46	9,88	10,0	98,8
4	200	10	5,48	9,84	10,0	98,4
5	200	10	5,44	9,92	10,0	99,2
6	200	10	5,44	9,92	10,0	99,2
7	200	10	5,50	9,80	10,0	98
8	200	10	5,46	9,88	10,0	98,8
			<b>SD</b>	<b>0,04</b>		<b>98,7</b>
			<b>RSD</b>	<b>4,14</b>		



## Bibliografi

*Standard Methods, Examination of Water and Wastewater* 21<sup>st</sup> Edition, 2005, Method 4500-S<sup>2</sup>-F, H.











**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)